

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

10/5763771
AP12 Rec'd PCT/PTO 21 APR 2006

11 N° de publication :
(A n'utiliser que pour
le classement et les
commandes de reproduction.)

2.111.310

21 N° d'enregistrement national

71.36774

(A utiliser pour les paiements d'annuités,
les demandes de copies officielles et toutes
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

15 BREVET D'INVENTION

PREMIÈRE ET UNIQUE
PUBLICATION

22 Date de dépôt 13 octobre 1971, à 15 h 13 mn.
Date de la décision de délivrance..... 8 mai 1972.
Publication de la délivrance..... B.O.P.I. — «Listes» n. 22 du 2-6-1972.

51 Classification internationale (Int. Cl.) B 01 d 19/00//C 08 g 47/00.

71 Déposant : Société dite : MIDLAND SILICONES LIMITED, résidant en Grande-Bretagne.

73 Titulaire : *Idem* 71

74 Mandataire : Cabinet L. A. de Boisse.

54 Compositions anti-mousse à base de polydiméthylsiloxane et d'oxyde d'aluminium.

72 Invention de :

33 32 31 Priorité conventionnelle : *Demande de brevet déposée en Grande-Bretagne le 14 octobre 1970, n. 48.880/1970 au nom de la demanderesse.*

12512 Rec'd PCT/PTO 21 APR 2006

La présente invention concerne de nouvelles compositions de siloxanes ainsi que l'utilisation de ces compositions en tant qu'agents anti-mousse.

- La présente invention concerne une composition
- 5 anti-mousse à base d'organosiloxane, qui comprend (a) 85 à 99 pour cent en poids d'un polydiméthylsiloxane soluble dans le benzène, ayant une viscosité d'au moins 50 cst à 25°C et (b) 1 à 15 pour cent d'un oxyde d'aluminium ayant une surface spécifique d'au moins 50 mètres carrés par gramme.
- 10 L'invention concerne également un procédé permettant de supprimer ou de réduire le moussage dans un milieu aqueux, qui consiste à mettre en contact le milieu aqueux avec une composition selon la présente invention.

- Les polydiméthylsiloxanes solubles dans le benzène
- 15 utilisés comme constituant (a) des compositions de la présente invention sont, de préférence, ceux dont le rapport des radicaux méthyle aux atomes de silicium est compris entre 1,9 et 2,05. La viscosité du polydiméthylsiloxane doit être d'au moins 50 cst à 25°C et est comprise, de préférence, entre 200
- 20 et 5000 cst à 25°C. Bien que la limite supérieure de la viscosité ne soit pas critique, les polymères gommeux non fluides donnent des compositions qui sont plus difficiles à disperser dans les systèmes aqueux. On peut rendre ces compositions plus facilement dispersables en les diluant avec des solvants
- 25 organiques. En général, cependant, on préfère les polydiméthylsiloxanes de viscosité relativement faible, c'est-à-dire ceux dont la viscosité est inférieure à 20.000 cst à 25°C.

- Les extrémités des chaînes des polydiméthylsiloxanes peuvent être ou ne pas être bloquées. Ainsi, ils peuvent
- 30 comporter, par exemple, des radicaux hydroxyles terminaux liés au silicium ou, avantageusement, ils peuvent être terminés par des groupes triorganosilyles, par exemple triméthylsilyle, diméthylphénylsilyle, méthyldiphénylsilyle ou diméthylvinylsilyle. Ainsi, bien que l'on préfère des polymères de siloxanes
- 35 sensiblement linéaires constitués principalement par des mailles $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$, les polydiméthylsiloxanes (a) peuvent renfermer jusqu'à environ 10 moles pour cent d'autres mailles, par exemple des mailles $\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}$ et/ou $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0,5}$. Des proportions mineures, c'est-à-dire inférieures à environ 10
- 40 pour cent de la totalité des radicaux organiques liés au

COPY

silicium, peuvent être constituées par des radicaux autres que des radicaux méthyle, par exemple, des radicaux alcoyles, alcényles et aryles, par exemple éthyle, propyle, 2-phénylpropyle, vinyle et phényle.

- 5 Le constituant (b) des compositions de la présente invention est un oxyde d'aluminium présentant une surface spécifique d'au moins 50 mètres carrés par gramme. L'oxyde d'aluminium est, de préférence, du type gamma et a une grosseur de particules inférieure à environ 100 millimicrons. L'oxyde
- 10 d'aluminium présentant ces propriétés est une matière du commerce connue et peut être préparé, par exemple, par la combustion d'aluminium ou de composés d'aluminium. On peut utiliser de 1 à 15 pour cent en poids de l'oxyde d'aluminium, la gamme préférée étant de 2 à 7 pour cent.
- 15 On peut préparer le plus commodément les compositions anti-mousse en mélangeant intimement le polydiméthylsiloxane préformé et l'oxyde d'aluminium dans les proportions souhaitées. Si on le désire, cependant, on peut ajouter au moins une partie de l'oxyde d'aluminium avant ou pendant la polymérisation du polydiméthylsiloxane à partir de ses progéniteurs cycliques ou d'autres progéniteurs de bas poids moléculaire.
- 20 Les compositions de la présente invention conviennent pour lutter d'une façon efficace contre le moussage indésirable qui se produit dans une diversité de systèmes aqueux, par exemple dans les systèmes de teinture à dévidoir, dans les bouillons de fermentation et au cours du traitement de latex. Les compositions, cependant, conviennent particulièrement bien pour être incorporées dans des préparations anti-flatulence et anti-acides gastriques. Ainsi, on peut les formuler avec un ou plusieurs agents anti-acides, avec des excipients pour comprimés et avec des agents aromatisants, par
- 30 exemple avec du lactose, des produits solides provenant du lait, de l'hydroxyde d'aluminium et du trisilicate de magnésium, comme cela est connu dans le domaine des préparations anti-mousse à base de silicone de l'art antérieur.
- 35 On peut utiliser les compositions telles quelles dans les diverses applications ou on peut les transformer en émulsions aqueuses ou dispersions dans des solvants au moyen de techniques connues. Des émulsifiants utilisables à cet
- 40 effet sont, par exemple, les produits de condensation de l'oxyde

d'éthylène avec des acides gras ou avec des alcools, par exemple l'éther triméthylnonylique du polyéthylène glycol, l'ester de l'acide monostéarique du polyéthylène glycol et les dérivés polyoxyéthylés de l'acide oléique, les sels sodiques des sulfates de polyéthers alcoylés, le monostéarate de sorbitanne, les halogénures d'ammonium quaternaire et l'alcool polyvinylique. Les émulsions contiennent, de préférence, jusqu'à environ 40% en poids du mélange de (a) et (b).

Les exemples non limitatifs suivants sont donnés en vue d'illustrer l'invention.

EXEMPLE 1 :

On introduit dans un récipient 96 parties en poids d'un polydiméthylsiloxane à groupes terminaux triméthylsilyles ayant une viscosité de 1000 cst à 25°C et renfermant moins de 0,2% en poids de polydiméthylsiloxane d'un poids moléculaire inférieur à 800. On ajoute ensuite à ce siloxane, sous agitation, 4 parties en poids d'oxyde d'aluminium ayant une surface spécifique d'environ 100 mètres carrés par gramme et une grosseur de particules de 5 à 30 millimicrons. On agite ensuite le mélange jusqu'à obtention d'une consistance uniforme et on le fait passer dans un moulin à colloïdes. Le produit se présente sous la forme d'une pâte uniforme ayant une viscosité d'environ 2600 cst à 25°C.

Afin d'évaluer l'efficacité anti-mousse du produit, on ajoute la pâte (sous forme d'une dispersion à 10% dans du white-spirit) à une solution aqueuse agitée d'un agent tensio-actif anionique, la solution étant maintenue à 37°C. L'agent tensio-actif utilisé est de l' "Hostapon T" et sa concentration est de 0,023% en poids. On ajoute la dispersion par incréments jusqu'à ce que le moussage de la solution d'agent tensio-actif soit réduit et on constate que la quantité totale de dispersion nécessaire s'élève à 3.500 parties par million de parties de solution d'agent tensio-actif.

EXEMPLE 2 :

On émulsifie la pâte de polydiméthylsiloxane et d'oxyde d'aluminium préparée à l'Exemple 1 dans de l'eau en utilisant, en poids, 30 parties de la pâte, 2,4 parties de monostéarate de polyoxyéthylène-sorbitanne, 2,6 parties de monostéarate de glycérol, 1,5 partie de carboxyméthyl-cellulose sodique et 63,5 parties d'eau.

On détermine l'efficacité anti-mousse de l'émulsion en ajoutant l'émulsion à une solution moussante d'agent tensio-actif. La solution moussante est constituée par une solution à 0,10% en poids dans de l'eau du sel sodique d'un produit
5 de condensation de l'acide oléique et de la méthyl taurine (Hostapon T). On fait barboter de l'air dans 200 ml de cette solution contenue dans une éprouvette graduée et on la maintient à 37°C. On ajoute l'émulsion par incréments à la solution jusqu'à ce que la mousse reste inhibée pendant au moins 5
10 minutes. On constate que 1200 parties d'émulsion par million de parties de solution sont nécessaires pour obtenir l'effet recherché.

REVENDICATIONS

1. Composition anti-mousse à base d'organosiloxanes, caractérisée en ce qu'elle comprend (a) 85 à 99 pour cent en poids d'un polydiméthylsiloxane soluble dans le benzène ayant
5 une viscosité d'au moins 50 cst à 25°C et (b) 1 à 15 pour cent en poids d'un oxyde d'aluminium ayant une surface spécifique d'au moins 50 mètres carrés par gramme.

2. Composition anti-mousse à base d'organosiloxanes suivant la revendication 1, caractérisée en ce que le poly-
10 diméthylsiloxane présente une viscosité comprise entre 200 et 5000 cst à 25°C.

3. Composition anti-mousse à base d'organosiloxanes selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que l'oxyde d'aluminium est de l'oxyde d'aluminium gamma
15 ayant une grosseur de particules inférieure à 100 microns.

4. Composition anti-mousse à base d'organosiloxanes selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'oxyde d'aluminium est présent en une proportion comprise entre 2 et 7 pour cent en poids par rapport au poids
20 de (a) et (b).

5. Emulsion aqueuse d'une composition à base d'organosiloxanes selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.

6. Procédé de réduction ou de suppression du moussage dans un milieu aqueux, caractérisé en ce que l'on met en con-
25 tact le milieu aqueux avec une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5.